

[First Hit](#)      [Previous Doc](#)      [Next Doc](#)      [Go to Doc#](#)

End of Result Set

☐ [Generate Collection](#) [Print](#)

L17: Entry 73 of 73

File: DWPI

Oct 26, 1989

DERWENT-ACC-NO: 1989-359864

DERWENT-WEEK: 198949

COPYRIGHT 2004 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Cosmetic material for moisture retention - contains  
poly:methyl:silsesquioxane powder of specified particle size

PRIORITY-DATA: 1988JP-0097541 (April 20, 1988)

[Search Selected](#)[Search ALL](#)[Clear](#)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
<input type="checkbox"/> <a href="#">JP 01268615 A</a>	October 26, 1989		009	

INT-CL (IPC): A61K 7/00

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 01268615A

BASIC-ABSTRACT:

The material contains 0.1-30 wt.% of polymethylsilsesquioxane powder of average particle size 0.1-10 um and mesh fractionation +/-30% of average particle size.

USE - The material is used in cosmetic material for skin and hair and medical prods. for external application in various forms e.g. cream, water in oil type emulsion, oil in water type emulsion, solid material such as lip stick and lotion. It offers smoothness to skin without greasy feeling when applied. It has excellent moisture retention property.

[Previous Doc](#)[Next Doc](#)[Go to Doc#](#)

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平1-268615

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup>

A 61 K 7/00

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成1年(1989)10月26日

E-7306-4C

J-7306-4C

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全9頁)

⑭ 発明の名称 化粧品

⑮ 特 願 昭63-97541

⑯ 出 願 昭63(1988)4月20日

⑰ 発 明 者 知 久 悦 子 東京都足立区西新井1丁目32-2

⑱ 発 明 者 旭 正 彦 東京都文京区大塚4丁目34-2

⑲ 出 願 人 花 王 株 式 会 社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

⑳ 代 理 人 弁 理 士 有 賀 三 幸 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

化粧品

本発明は化粧品。更に詳細にはポリメチルシルセスキオキサン粉末を含有する、感触効果および皮膚保湿効果を向上せしめた化粧品に関する。

2. 特許請求の範囲

1. ポリメチルシルセスキオキサン粉末を含有することを特徴とする化粧品。

〔従来の技術〕

従来より、クリーム、乳液等の化粧品には、

2. ポリメチルシルセスキオキサン粉末の粒子が平均粒子径0.1~10 $\mu$ mの真球状であり、粒度分布が平均粒子径の±30%の範囲である、特許請求の範囲第1項記載の化粧品。

適用後にしつとりとしたコクのある感触を付与し、しかも十分な保湿効果を持たせるために、各種油成分やグリセリン、ピロリドンカルボン酸ナトリウム等の保湿剤が比較的多量に配合されていた。

3. ポリメチルシルセスキオキサン粉末の含有量が0.1~30重量%である、特許請求の範囲第1項記載の化粧品。

〔発明が解決しようとする課題〕

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

しかしながら、しつとりとしたコクのある使用感を強調し、保湿効果を高めようとする、塗布時の油性感やべたつき感が増し、皮

膚への十分な保湿効果と良好な使用感を同時に満足させることは困難であつた。

(課題を解決するための手段)

本発明者らは斯かる実情に鑑み、優れた使用感を有し、しかも皮膚に十分な保湿効果を与える化粧料を得るべく鋭意研究を行つた結果、ポリメチルシルセスキオキサン粉末を配合すれば、塗布時の油性感およびべたつき感が著しく抑制され、さらつとした滑らかな感触を持ち、しかも皮膚保湿効果に優れた化粧料が得られることを見出し、本発明を完成した。

すなわち、本発明はポリメチルシルセスキオキサン粉末を含有することを特徴とする化粧料を提供するものである。

径4 $\mu\text{m}$ の粒子からなり、真比重1.3、カサ比重0.17、比表面積20~30 $\text{m}^2/\text{g}$ 、アマニ油吸油量84 $\text{ml}/100\text{g}$ の白色微粉末である「トスパール240」として東芝シリコン株式会社より販売されているが、特願昭61-221520号に記載されている以下の方法に従つても合成することができる。

すなわち、メチルトリアルコキシシランおよび/またはその部分加水分解縮合物またはメチルトリアルコキシシランおよび/またはその部分加水分解縮合物と有機溶剤との混合液を上層にし、アンモニアまたはアミンの水溶液および/またはアンモニアまたはアミンと有機溶剤との混合液を下層にして、これらの界面でメチルトリアルコキシシランおよ

本発明に用いられるポリメチルシルセスキオキサン粉末はシロキサン結合が三次元的にのびた網状構造で、ケイ素原子に1個のメチル基が結合した無機と有機の中間的構造を有するものである。

ポリメチルシルセスキオキサン粉末の粒子の形は真球状であり、平均粒子径は0.1~10 $\mu\text{m}$ 、特に0.5~5 $\mu\text{m}$ のものが好ましく、さらには粒度分布が平均粒子径の $\pm 30\%$ の範囲であるものが好ましい。

ポリメチルシルセスキオキサンは、平均粒径2 $\mu\text{m}$ の真球状粒子から成り、真比重1.3、カサ比重0.35、比表面積15~30 $\text{m}^2/\text{g}$ 、アマニ油吸油量75 $\text{ml}/100\text{g}$ の白色微粉末である「トスパール120」および平均粒

径/またはその部分加水分解縮合物を加水分解・縮合させて、粒子の形状が各々独立したほぼ真球状であり、粒度分布が平均粒子径の $\pm 30\%$ の範囲であるポリメチルシルセスキオキサン粉末を製造することができる。

本方法における原料のメチルトリアルコキシシランおよびその部分加水分解縮合物は、例えば公知の方法によりメチルトリクロロシランを適当なアルコールでアルコキシ化したものが用いられる。このメチルトリアルコキシシランは、アルコキシ化反応に使用するアルコールの種類により、メチルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、メチルトリプロポキシシラン、メチルトリブトキシシラン等が得られ、またメチルトリアルコキ

シシランを完全に加水分解するのに要する理論量より少量の水を存在させることにより得られる、メチルトリアルコキシシランの部分加水分解縮合物を用いてもよい。これらのメチルトリアルコキシシランのうち、生産効率からメチルトリメトキシシランを用いることが好ましい。

本方法においては、アルコキシ化反応によつて得られたメチルトリアルコキシシランまたはその部分加水分解縮合物中に発生する塩化水素または未反応のメチルクロロシランとして存在する塩素原子の量は、特に限定されるものではない。

本方法におけるアンモニアまたはアミン類は、メチルトリアルコキシシラン中に残存す

であるが、除去等の点で必要最小限にとどめるべきである。しかし、アンモニアおよびアミン類の使用量が少なすぎると、アルコキシシラン類の加水分解、さらには縮合反応が進行せず目的物が得られない。

アンモニアまたはアミン類は、水溶液または水と有機溶剤との混合液の水溶液として用いられる。この有機溶剤としては、メタノール、エタノール、プロピルアルコール、n-ブタノール、1,00-ブタノールのようなアルコール類；ジメチルケトン、メチルエチルケトン、アセトンのようなケトン類；脂肪族炭化水素系溶剤；トルエン、キシレンのような芳香族炭化水素系溶剤等が例示される。トル

エン、キシレンの中和剤であり、かつメチルトリアルコキシシランの加水分解・縮合反応の触媒である。このアミン類としては、モノメチルアミン、ジメチルアミン、モノエチルアミン、ジエチルアミン、エチレンジアミン等が例示される。

本方法に用いるアンモニアまたはアミン類としては、毒性が少なく、除去が容易で、しかも安価なことからアンモニアが有利であり、一般に市販されているアンモニア水溶液（濃度2.8%）を使用することもできる。

これらのアンモニアおよびアミン類の使用量は、メチルトリアルコキシシランまたはその部分加水分解縮合物中に存在する塩素原子を中和するのに充分な量に触媒量を加えた量

剤を使用する場合は、メチルトリアルコキシシランおよび/またはその部分加水分解縮合物と均一に混合して用いる。

有機溶剤の配合量は特に規制されないが、水と有機溶剤の合計量の100重量部に対し20重量部以下であることが好ましい。

アンモニアおよびアミン類の水溶液の使用量は、メチルトリアルコキシシランまたはその部分加水分解縮合物のアルコキシ基、もしくは未反応のクロロシランの塩素原子を加水分解するのに必要な理論量の2倍以上の水を含む量があればよい。特に上記アミン類の水溶液の使用量に上限はない。しかし、水溶液の使用量が多くなると、反応工程上不利であり、反応時間も長くなる。逆にあまり使用量

が少なくなりすぎると、副生するアルコールにより加水分解反応が阻害されて反応時間が長くなり、またほぼ真球状である本発明の目的物は得られない。

本方法におけるほぼ真球状のポリメチルシルセスキオキサン粉末を得るための加水分解・縮合反応は、以下のように行なう。

すなわち、攪拌羽根のついた容器中に、アモニアまたはアミン類の水溶液あるいはアモニアまたはアミン類の水と有機溶剤との混合液（以下アルカリ溶液と記す。）とメチルトリアルコキシシランおよび／またはその部分加水分解縮合物とを、下層にアルカリ溶液層、上層がメチルトリアルコキシシランおよび／またはその部分加水分解縮合物層の2

層の溶液を適度な攪拌速度で攪拌しながら界面でメチルトリアルコキシシランとアルカリ溶液との加水分解・縮合反応を徐々に行なう。反応が進行するにつれ、球状粒子が生成され、下層のアルカリ溶液層に移行し、下層は乳白色に変化する。

この反応における攪拌条件は、攪拌羽根の形状、アルカリ溶液の組成などにより変わるが、目的物が真球状であり、かつ粒度分布の狭い粒子を得るためには、2～100 r.p.m.程度の速度で行なうことが好ましく、さらに好ましくは5～50 r.p.m.である。攪拌速度が大きすぎると、反応前のメチルトリアルコキシシランおよび／またはその部分加水分解

縮合物が、アルカリ溶液中に巻き込まれ、アルカリ溶液中で加水分解・縮合反応が急速に起こるため、粒子が凝着してしまふ。また攪拌速度が小さすぎると、界面反応によつて生成する粒子が、下層のアルカリ溶液中で分散しにくく、沈降して凝集し塊状になつてしまふ。

また、この加水分解・縮合反応の温度は特に規制されないが、メチルトリアルコキシシランの沸点以下になるように調整すべきである。例えばメチルトリメトキシシランの場合は、50℃以下で行なうことが好ましい。

上記条件により、上層のメチルトリアルコキシシランの層が消失するまで反応を行ない、さらに攪拌を続ける。この攪拌の時間および温度は、その製造量等により変わるが、1～10時間程度が妥当であり、また必要に応じて約50℃程度に昇温してもよい。

次いで、デイスパージョンを金網を通して抜き取り、遠心分離法あるいは遠心濾過法等により脱水を行ない、得られたペースト状物を100～220℃で加熱乾燥後、ジェットミル粉砕機などを用いて解砕を行なうことにより、少なくとも95%以上のものがほぼ真球状で、接触帯電量が-200～-2000  $\mu\text{C/g}$ であるポリメチルシルセスキオキサン粉末が得られる。

本発明化粧料におけるポリメチルシルセスキオキサン粉末の配合量は、剤型に応じて変えることができるが、化粧料中に0.1～30

重量%、特に0.1～15重量%配合されることが好ましい。

本発明において、化粧料とは、皮膚化粧料、毛髪化粧料のみならず、外用医薬品などの使用時に感触が問題とされる、皮膚に外用される全ての製品を包含する。また、剤型も、クリーム、乳液等の水中油型(O/W)、油中水型(W/O)のエマルションから、口紅、チック等の油性固型化粧料、化粧水等のローションまで種々の形態を選択することができ、更には皮膚洗浄剤とすればスクラブ効果も期待できる。

本発明の化粧料の調製に当り、好適に用いられる油としては、例えば流動パラフィン、パラフィンワックス、セレシン、スクワラン

金属塩、ソルビタン脂肪酸エステル、グリセリン脂肪酸エステル等が用いられる。

また、本発明化粧料をエマルションとする場合には更に各種任意成分を配合することができ、例えば粘度調整剤としてポリビニルアルコール、カルボキシビニルポリマー、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルピロリドン、ヒドロキシエチルセルロース、メチルセルロースなどの高分子化合物；セラチン、トラカントガムなどの天然ガム類；エタノール、イソプロパノール等のアルコール類が、保湿剤としてはプロピレングリコール、グリセリン、1,3-ブチレングリコール、ジプロピレングリコール、ソルビトール、乳糖、乳糖ナトリウム、ピロリドンカルボン酸ナト

等の炭化水素；密ロウ、鯨ロウ、カルナバロウなどのワックス類；オリーブ油、椿油、ホバ油、ラノリンなどの天然動植物油脂；シリコーン油、脂肪酸、高級アルコールおよびこれらを反応して得られるエステル油等が挙げられる。

また、界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビトール脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油アルキル硫酸エステル、ポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル、アルキルリン酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルリン酸エステル、脂肪酸アルカリ

リウム等が、さらに防腐剤としてはパラオキシ安息香酸エステル、安息香酸、安息香酸ナトリウム、ソルビン酸、ソルビン酸カリウム、フェノキシエタノール等がそれぞれ挙げられる。

#### 〔発明の効果〕

本発明に用いられるポリメチルシルセスキオキサン粉末は耐熱性、耐溶剤性に優れ、かつ凝集性が少なく分散性に優れているので、これを含有する本発明の化粧料は、塗布時の油性感、べたつきがなく、さらつとした滑らかな感触を有し、しかも皮膚保湿効果に優れたものである。

#### 〔実施例〕

以下に本発明の実施例を示し、本発明を更

に詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によつて限定されるものではない。

尚、併せてポリメチルシルセスキオキサン粉末の製造法を合成例として示す。合成例中の部はすべて重量部を示す。

#### 参考例 1

水と28%の濃度のアンモニア水溶液を第1表に示す割合で容器内で攪拌し、アンモニア水溶液A1～A4を得た。なお、表中の配合量を示す数字は部を表わす。(以下同じ。)

第1表

	A1	A2	A3	A4
28%アンモニア水溶液	50	100	140	3
水	3950	3900	3860	3997

れ、反応物は下層に徐々に沈降し、下層は反応物が浮遊して白濁し、上層のメチルトリメトキシシラン層は、徐々に層が薄くなり、約3時間で目視で消失した。さらに温度を50～60℃に保ち、同条件で3時間攪拌を行つた後、25℃に冷却した。次いで析出した生成物を100メッシュの金網で濾過後、遠心分離により脱水してケーキ状にし、このケーキ層を200℃の乾燥器中で乾燥させた。これをラボジェットを用いて解砕して、白色粉末を得た。

このようにして得たポリメチルシルセスキオキサン粉末を、電子顕微鏡で観察したところ、粒子径のX軸とY軸の比が1.0～1.2であるほぼ真球状であり、平均粒子径が約1.9

#### 合成例 1

温度計、還流器および攪拌機のついた4つ口フラスコにアンモニア水溶液A1を4000部とり、100 r.p.mで10分間攪拌して均一なアンモニア水溶液にした。このアンモニア水溶液に、塩素原子換算量で10 ppmのメチルトリメトキシシラン600部を、5 r.p.mで攪拌機を回しながらアンモニア水溶液中に混ざらないようにすみやかに加え、上層にメチルトリメトキシシラン層、下層にアンモニア水溶液層の2層状態になるようにした。次いで攪拌機の攪拌速度を20 r.p.mにして2層状態を保ちながらメチルトリメトキシシランとアンモニア水溶液との界面において加水分解・縮合反応を進行させた。反応が進むにつ

μm (1.7～2.1 μm)のものであつた。また接触帯電量を接触帯電量測定器(東芝ケミカル機製)にてブローオフ法により測定したところ、その結果は-1000 μC/μであつた。

#### 合成例 2～5

第2表に示す配合および反応時の攪拌速度以外は合成例1と同一条件で、メチルトリメトキシシランの加水分解・縮合反応を行ない、第2表に示すポリメチルシルセスキオキサン粉末を得た。

以下余白

第2表

		合成例			
		2	3	4	5
メチルトリメトキシシラン、部		600	600	400	700
アンモニア水溶液	種類	A2	A1	A3	A4
	部	4000	4000	4000	4000
攪拌速度、r.p.m		15	30	15	30
生成物	粒子形状	ほぼ真球状	ほぼ真球状	ほぼ真球状	ほぼ真球状
	粒子径、 $\mu\text{m}$	12	25	09	45
	粒子のX軸/Y軸比	1.15	1.05	1.20	1.01
	アミノ油吸油量、 $\text{ml}/100\text{g}$	61	52	62	50
	接触帯電量、 $\mu\text{C}/\text{g}$	-1350	-900	-1300	-450

合成例6~8

第3表に示す量のA2のアンモニア水溶液と有機溶剤を合成例1で用いたフラスコにとり100 r.p.mで10分間攪拌して均一にし

た後、合成例1と同様にメチルトリメトキシシラン600部を加え、攪拌速度を15 r.p.mとする以外は合成例1と同一条件で反応させ、第3表に示すそれぞれほぼ真球状のポリメチルシルセスキオキサン粉末を得た。

合成例9

有機溶剤としてトルエンをあらかじめメチルトリメトキシシランと混合して用いた以外は、合成例6と同一条件で反応させ、第3表に示すほぼ真球状のポリメチルシルセスキオキサン粉末を得た。

第3表

		合成例			
		6	7	8	9
メチルトリメトキシシラン		600	600	600	600
アンモニア水溶液A2		4000	4000	4000	4000
有機溶剤	アセトン	100			
	メタノール		100		
	イソブタノール			100	
	トルエン				50
生成物	粒子形状	ほぼ真球状	ほぼ真球状	ほぼ真球状	ほぼ真球状
	平均粒子径、 $\mu\text{m}$	1.1 (0.8~1.3)	1.3 (1.0~1.5)	2.7 (2.5~2.8)	1.1 (1.0~1.2)
	アミノ油吸油量、 $\text{ml}/100\text{g}$	59	55	51	55
	接触帯電量、 $\mu\text{C}/\text{g}$	-1450	-1400	-700	-1480

実施例1(化粧水)

エタノール	300(重量%)
グリセリン	50
ポリエチレングリコール1500	40
ポリオキシエチレンオレイルエーテル(20E.O.)	10
ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油(30E.O.)	0.5
真球状ポリメチルシルセスキオキサン粉末(合成例2)	50
香料	0.2
精製水	バランス

## &lt;製造法&gt;

精製水にグリセリン、ポリエチレングリコール1500を加え、室温下で溶解する。一方、エタノールにポリオキシエチレンオレイルエーテル、ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油、香料を同様に室温下で溶解した後、真球



状ポリメチルシルセスキオキサン粉末を加え  
 湿潤分散させる。次いで前述の精製水溶液を  
 加えて可溶化を行なうことにより、本発明の  
 化粧水を調製した。

ブチルパラベン	0.1
<水相成分>	
メチルパラベン	0.1
グリセリン	2.0

得られた本発明の化粧水は、感触向上効果  
 および皮膚保湿効果に優れた化粧料であつた。  
 実施例2(乳液)

1,3-ブチレングリコール	2.0
エタノール	3.0
香料	0.1
精製水	バランス

<油相成分>

セタノール	1.0(重量%)
スクワラン	5.0
オリーブ油	8.0
ホホバ油	2.0
POE加硬化ヒマシ油	1.0
モノステアリン酸ソルビタン	1.0

真球状ポリメチルシルセスキオキサン粉末 0.5  
 (合成例1)

<製造法>

上記水相成分を混合し、加熱溶解して水相  
 部を70℃に保つ。上記油相成分も同様に  
 70℃で加熱混合し、この水相部に上記の油  
 相部を加えてそれらを乳化機にて乳化する。  
 乳化物を熱交換機にて終温30℃まで冷却し  
 た後充填を行うことにより、本発明の乳液を

調製した。

ブチルパラベン	0.1
---------	-----

得られた本発明の乳液は、感触向上効果お  
 よび皮膚保湿効果に優れた化粧料であつた。

<水相成分>	
メチルパラベン	0.2
グリセリン	10.0
香料	0.1
L-アルギニン	0.3
精製水	バランス

実施例3(クリーム)

<油相成分>

ステアリン酸	2.0(重量%)
セタノール	1.0
コレステロール	1.0
スクワラン	10.0
ホホバ油	10.0
オリーブ油	10.0
セチルリン酸	0.5
モノステアリン酸ソルビタン	2.0

ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油 0.5  
 (40E.O.)

真球状ポリメチルシルセスキオキサン粉末 2.0  
 (合成例4)

<製造法>

上記組成の油相成分及び水相成分を用い、  
 実施例2と同様の方法によりクリームを調製  
 した。

得られた本発明のクリームは、感触向上効  
 果および皮膚保湿効果に優れた化粧料であつ  
 た。

実施例4(エアゾール制汗剤)

トリクロサン	0.01(重量%)
アルミニウムヒドロキシクロライド	1.5
タルク	1.0
真球状ポリメチルシルセスキオキサン粉末 (合成例6)	0.5
ミリスチン酸イソプロピル	2.0
香 料	0.2
噴射剤(フロン12:フロン11: LPG=1:2:1)	バランス

## &lt;製造法&gt;

トリクロサン、アルミニウムヒドロキシクロライド、タルク、真球状ポリメチルシルセスキオキサン粉末、ミリスチン酸イソプロピル、香料を混合分散したものをエアゾール用缶に詰めた後、噴射剤を充填することにより、本発明のエアゾール制汗剤を調製した。

得られた本発明のエアゾール制汗剤は、感触向上効果に優れた化粧料であつた。

末を加え70℃に保つ。この基剤成分に酸化チタン、カオリン、タルク、着色顔料を加え、ロールミルで練る。練つたものを加熱して溶かし、調色した後、脱泡し香料を加え、容器に流し込み冷却して成型することにより、本発明の油性ファンデーションを調製した。

得られた本発明の油性ファンデーションは、感触向上効果および皮膚保湿効果に優れた化粧料であつた。

## 実施例6(ブラッシング剤)

ミリスチン酸イソプロピル	1.0(重量%)
塩化ステアリルトリメチルアンモニウム	0.05
真球状ポリメチルシルセスキオキサン粉末 (合成例9)	1.0
香 料	0.1
エタノール	25.0

スクワラン	38.0(重量%)
ミリスチン酸オクチルドデシル	5.0
マイクロクリスタリンワックス	8.0

真球状ポリメチルシルセスキオキサン粉末 (合成例7)	15.0
酸化チタン	1.08
カオリン	5.0
タルク	5.0
着色顔料	15.0
香 料	0.2

## &lt;製造法&gt;

着色顔料を混合する。一方、スクワラン、ミリスチン酸オクチルドデシル、マイクロクリスタリンワックスを混合し、加熱溶解した後、真球状ポリメチルシルセスキオキサン粉

噴射剤(フロン12:フロン11=1:1) バランス

## &lt;製造法&gt;

ミリスチン酸イソプロピル、塩化ステアリルトリメチルアンモニウム、真球状ポリメチルシルセスキオキサン粉末、香料、エタノールを混合分散したものをエアゾール用缶に詰めた後、噴射剤を充填することにより、本発明のブラッシング剤を調製した。

得られた本発明のブラッシング剤は、感触向上効果に優れた化粧料であつた。

以 上